

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-338228

(43)Date of publication of application : 27.11.2002

(51)Int.Cl.

C01B 33/12

C01G 19/02

(21)Application number : 2001-138241

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 09.05.2001

(72)Inventor : HORIKIRI TOMONARI
MIYATA HIROKATSU

(54) MESO-STRUCTURE THIN FILM AND MANUFACTURING METHOD THEREFOR

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for forming a meso-structure thin film having orientational tube like fine pores on an optional substrate.

SOLUTION: The method for forming the meso-structure thin film by applying a precursor solution containing a surfactant and an inorganic oxide precursor material on the substrate by spin coating includes a process for preparing the precursor solution containing the surfactant and the inorganic oxide precursor material, a process for holding the substrate outside the rotation center of a spin coater and a process for placing the precursor solution on the substrate and applying the solution by spin coating to form the thin film of the meso- structure.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-338228

(P 2 0 0 2 - 3 3 8 2 2 8 A)

(43) 公開日 平成14年11月27日 (2002.11.27)

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

テマコード (参考)

C01B 33/12

C01B 33/12

C 4G072

C01G 19/02

C01G 19/02

C

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号

特願2001-138241 (P 2001-138241)

(22) 出願日

平成13年 5 月 9 日 (2001. 5. 9)

(71) 出願人 000001007

キヤノン株式会社

東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号

(72) 発明者 堀切 智成

東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ

ノン株式会社内

(72) 発明者 宮田 浩克

東京都大田区下丸子 3 丁目30番 2 号 キヤ

ノン株式会社内

(74) 代理人 100069017

弁理士 渡辺 徳廣

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 メソ構造体薄膜およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 任意の基板上に配向性のチューブ状細孔を有するメソ構造体薄膜を形成する方法を提供する。

【解決手段】 スピンコーティングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピンコーティング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピンコーティングにより塗布してメソ構造体の薄膜を作成する工程とを含むメソ構造体薄膜の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を遠心力を用いて基板上に塗布して作成されたメソ構造体薄膜であって、該薄膜内のチューブ状の細孔が基板に印加された遠心力の方向に略平行に配向していることを特徴とするメソ構造体薄膜。

【請求項2】 前記チューブ状の細孔内に界面活性剤が充填されている請求項1記載のメソ構造体薄膜。

【請求項3】 前記チューブ状の細孔内から界面活性剤が除去された中空の構造からなる請求項第1項記載のメソ構造体薄膜。

【請求項4】 スピンコーティングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピンコーティング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピンコーティングにより塗布してメソ構造体薄膜を作成する工程とを含むことを特徴とするメソ構造体薄膜の製造方法。

【請求項5】 スピンコーティングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピンコーティング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピンコーティングにより塗布してメソ構造体薄膜を作成する工程と、作成したメソ構造体薄膜中のチューブ状の細孔から界面活性剤を除去して中空の構造とする工程を含むことを特徴とするメソ構造体薄膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は触媒や吸着剤等に用いられる無機酸化物多孔体の応用に関連し、より詳しくは、メソ構造体薄膜およびその製造方法に関し、所望の方向に細孔構造の配向方向が制御されたメソ構造体薄膜およびその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 多孔質材料は、吸着、分離など様々な分野で利用されている。IUPACによれば、多孔体は、細孔径が2 nm以下のマイクロポラス、2～50 nmのメソポラス、50 nm以上のマクロポラスに分類される。マイクロポラスな多孔体には天然のアルミノケイ酸塩、合成アルミノケイ酸塩等のゼオライト、金属リン酸塩等が知られている。これらは、細孔のサイズを利用した選択的吸着、形状選択的触媒反応、分子サイズの反応容器として利用されている。

【0003】 報告されているマイクロポラスクリスタルにおいては、細孔径は最大で1.5 nm程度であり、さらに径の大きな固体の合成はマイクロポアには吸着で

きないような嵩高い化合物の吸着、反応を行うために重要な課題である。この様な大きなポアを有する物質としてシリカゲル、ピラー化粘土等が知られていたが、これらにおいては細孔径の分布が広く、細孔径の制御が問題であった。

【0004】 この様な背景の中、径の揃ったチューブ状のメソポアが蜂の巣状に配列した構造を有するメソポーラスシリカの合成が、ほぼ同時に異なる二つの方法で開発された。一方は、“Nature”第359巻、710頁に記載されているような、界面活性剤の存在下においてケイ素のアルコキシドを加水分解させて合成されるMCM-41と呼ばれる物質であり、他方は、“Journal of Chemical Society Chemical Communications”の1993巻、680頁に記載されているような、層状ケイ酸の一種であるカネマイトの層間にアルキルアンモニウムをインターカレートさせて合成されるFSM-16と呼ばれる物質である。

【0005】 この両者ともに、界面活性剤の集合体が鋳型となってシリカの構造制御が行われていると考えられている。これらの物質は、ゼオライトのポアに入らないような嵩高い分子に対する触媒として非常に有用な材料であるだけでなく、光学材料や電子材料等の機能性材料への応用も考えられている。

【0006】 このような規則的な細孔構造を有するメソポーラス多孔体を、触媒以外の機能性材料分野に応用する場合、これらの材料を基板上に均一に保持する技術が重要である。基板上に均一なメソポーラス薄膜を作成する方法としては、例えば“Chemical Communications”の1996巻、1149頁に記載されているようなスピンコートによる方法、“Nature”第389巻、364頁に記載されているようなディップコートによる方法、“Nature”第379巻、703頁に記載されているような固体表面に膜を析出させる方法等がある。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、これら従来のメソ構造体薄膜の製造方法には以下に述べるような問題点があった。すなわち、通常用いられるスピンコート膜等の場合には、基板上の前駆体溶液が受ける遠心力の方向を制御していないため、膜全体にわたってのメソ構造体の方向性がなく、細孔を配向させることができない。また、一方メソ構造体を基板上に析出させる方法の場合には、形成される膜の基板依存性が大きく、方向性を持った膜の形成は雲母やグラファイトのへき開面のような原子レベルでの秩序性のある基板に限られている。

【0008】 このため、任意の基板上に配向性を有する無機酸化物メソ構造体薄膜を形成する技術が求められていた。これを解決するための技術として、例えば、“Nature”誌、第390巻、674頁に記載されてい

るような、基板上に配された前駆体溶液の浸透流を用いて細孔方向を制御する方法や、“Langmuir”誌、第15巻、第4544頁に記載されているような、溶液の流れの中に基板を保持して細孔方向を制御する方法等が提案されている。しかし、これらの方法は、複雑な装置を用いる必要があり、また、薄膜の形状等に制限が生じるという問題点があった。

【0009】本発明は、上記の従来技術の問題点を鑑みなされたもので、基板上に配向性の細孔を有するメソ構造体薄膜を提供すること、および簡単な方法で任意の基板上に配向性の細孔を有するメソ構造体薄膜を作成する方法を提供することを目的とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】即ち、本発明は、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を遠心力を用いて基板上に塗布して作成されたメソ構造体薄膜であって、該薄膜内のチューブ状の細孔が基板に印加された遠心力の方向に略平行に配向していることを特徴とするメソ構造体薄膜である。

【0011】前記チューブ状の細孔内に界面活性剤が充填されていても、チューブ状の細孔内から界面活性剤が除去された中空の構造からなるものでも良い。

【0012】また、本発明は、スピニングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピニング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピニングにより塗布してメソ構造体薄膜を作成する工程とを含むことを特徴とするメソ構造体薄膜の製造方法である。

【0013】さらに、本発明は、スピニングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピニング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピニングにより塗布してメソ構造体薄膜を作成する工程と、作成したメソ構造体薄膜中のチューブ状の細孔から界面活性剤を除去して中空の構造とする工程を含むことを特徴とするメソ構造体薄膜の製造方法である。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。

図1は本発明のメソ構造体薄膜の一例を示す模式図であり、図1(a)は平面模式図、図1(b)はAA線断面模式図を示す。本発明のメソ構造体薄膜は、界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を、遠心力を用いて基板上に塗布して作成された薄膜であって、該薄膜2内のチューブ状の細孔3の長軸方向が、基板1に印加

された遠心力の方向4に略平行に配向していることを特徴とする。

【0015】また、本発明のメソ構造体薄膜の製造方法は、スピニングにより界面活性剤と無機酸化物前駆物質を含む前駆体溶液を基板上に塗布してメソ構造体薄膜を作成する方法において、前駆体溶液を調整する工程と、基板をスピニング装置の回転中心の外側に保持する工程と、該基板上に前駆体溶液を載せてスピニングにより塗布してメソ構造体の薄膜を作成する工程とを含むことを特徴とする。

【0016】図2は、本発明における基板の保持の一例を示す概略図である。本発明に用いられるスピニング装置において、図2に示すように、メソ構造体薄膜を形成する基板12はスピニング装置の回転中心13の外側に置かれる。通常のスピニングでは、基板は回転中心13の上に置かれるために、回転によって基板の中心から放射状の全方向に遠心力を受けるが、本発明の場合には、基板12には図中に矢印で示した一方向の遠心力が発生する。

【0017】メソ構造体の薄膜の形成時に、前駆体溶液の流動が発生する場合に、メソ構造体内のチューブ状細孔が流動の方向に配向することは知られており、“Nature”誌、第390巻、674頁に記載されているように、このことを利用した配向性のメソ構造体薄膜の形成方法が検討されている。

【0018】通常のスピニングの場合、基板上の前駆体溶液が放射方向に流動するために、中心から放射状にチューブ状細孔が配向する傾向にある。但し、遠心力Fは角速度 ω 、中心からの距離rと

【0019】

【数1】

$$F \propto r \omega^2$$

【0020】の関係があるため、遠心力は回転中心に近いほど弱く、基板中心部では理論的には0になるため、中心部では配向はランダムになる結果、明瞭な放射状の配向を基板全体にわたって達成するのは困難である。

【0021】本発明の場合には、基板はスピニング装置の回転中心の外側に置かれるため、基板上の前駆体溶液には一方向の力が働き、結果として引き起こされる流動が、チューブ状細孔を遠心力の働く方向に配向させる。

【0022】図3は本発明に用いられる基板ホルダーの一例を示す概略図、図4は図3の基板ホルダーのBB線断面図である。

【0023】図2の基板ホルダー11に基板を固定する方法には、特に限定はないが、スピニング装置の回転軸を中空にして真空ポンプに接続し、図3に示すような構成の基板ホルダー11を用いて真空チャックする方法が一般的である。基板12が基板ホルダー11に固定される様子を図4の断面図を用いて説明する。図4

において、基板12と基板ホルダー11上に設けられた溝22の間の空間は、溝の中心に形成された孔23とスピコート装置の回転軸21を繋ぐ空洞24を通して真空ポンプによって真空状態に置かれ、基板12が基板ホルダー11に固定される。

【0024】基板ホルダーに固定した基板に界面活性剤と無機酸化前駆物質を含む前駆体溶液を滴下する。本発明のメソ構造体薄膜の形成に用いる前駆体溶液は、少なくとも、界面活性剤を含む溶剤に触媒を加えた溶液に、加水分解重縮合等の何らかの方法で無機酸化物を生成する化合物からなる無機酸化前駆物質を混合したものであり、この前駆体溶液は公知のものであってよい。

【0025】界面活性剤は、4級アルキルアンモニウムや、ポリエチレンオキシドを親水基として含む非イオン性界面活性剤等の中から適宜選択される。使用する界面活性剤分子の長さは、目的のメソ構造の細孔径に応じて決められる。また、界面活性剤ミセルの径を大きくするために、メシチレンのような添加物を加えても良い。

【0026】触媒は、塩酸等の酸や水酸化ナトリウム等の塩基があげられるが、より好ましくは塩酸が良い。また、用いられる溶剤としては、界面活性剤や触媒、無機酸化物を生成する化合物が溶解すれば特に限定しないが、より好ましくは水、アルコールがあげられる。

【0027】無機酸化物を生成する酸化前駆物質としては、ハロゲン化物、アルコキシドなどがあげられる。形成される酸化物には限定はないが、酸化ケイ素、酸化チタン、酸化スズ、酸化ジルコニウム、酸化ガリウム、酸化アルミニウム、酸化バナジウム等が良好に適用され、また2種類以上の元素の複合酸化物であっても良い。

【0028】前駆体溶液を塗布する基板は、その材質に特に限定はなく、広い範囲の材料が適用可能である。例示すると、ガラス、セラミクス、樹脂等が使用可能である。ただし、前駆体溶液と反応を起こさないものを選択する必要がある。

【0029】基板として、何らかの形で配向処理が表面に施されたものを用いても良い。配向処理とは、液晶の配向に用いられる方法と同じもので、ラビング処理や斜方蒸着等公知の方法を用いることができる。この場合には、配向処理による配向方向と、スピコート時の遠心力の方向が一致するようにする必要がある。

【0030】前述のような基板ホルダーに基板を固定し、前駆体溶液を滴下した後にスピコート装置を回転させると、溶液は遠心力を受けて基板の上を円周方向へ移動し、この時発生する流動を用いることで本発明ではミセルの方向制御、すなわち細孔構造の配向制御が可能となる。回転数は膜厚に応じて設定され、回転数が高いほど、細孔の一軸配向性が高く、膜厚が薄い膜が形成される。

【0031】基板ホルダーは、遠心力が大きく働くほう

が好ましいため、半径が大きいほうが有利であり、基板の固定位置は、基板ホルダーのできるだけ外側が良い。使用するスピコーティング装置の大きさに基づく許容範囲内で、最適な基板ホルダーを設計し、使用するのが望ましい。メソ構造体の細孔の配向性は、遠心力のみならず、溶液の粘度や使用する界面活性剤種、酸化前駆体種、溶媒種、基板、温度、湿度等に影響されるため、回転中心から同じ距離になるように基板を保持しても、同じ配向性を得られるとは限らない。

【0032】基板ホルダーの材質は、薬品、特に酸に対する耐性を有するものであれば特に限定はなく、ステンレス、ポリプロピレンやテフロン（登録商標）のようなものを用いることができる。図3では、4枚の基板を固定できる構成の基板ホルダーを示したが、円周に沿って中心に対して対称で同じ位置であれば、さらに多くの基板が保持できるようにしても良い。

【0033】また、このスピコーティング装置全体は温度及び湿度が調整された空間に設置されていることが好ましい。温度、湿度は目的の酸化物、界面活性剤種、溶媒等に応じて最適になるように制御を行う。この様にして基板上に形成された膜を、乾燥することにより、細孔内に界面活性剤を保持した酸化メソ構造体薄膜が得られる。

【0034】このメソ構造体からテンプレートの界面活性剤ミセルを除去することで中空構造のメソ構造体薄膜を作成することができる。界面活性剤の除去は、焼成、溶剤による抽出、超臨界状態の流体による抽出、紫外光照射とその際に生じたオゾンによる分解、オゾン水溶液による分解等の中から選択される。例えば、シリカメソ構造体薄膜の場合には、空气中、550℃で10時間焼成することによって、メソ構造をほとんど破壊することなくメソ構造体薄膜から完全に界面活性剤を除去することができる。また、溶剤抽出等の手段を用いると、100%の界面活性剤の除去は困難ではあるものの、焼成に耐えられない材質の基板上にメソポーラス薄膜を形成することが可能である。

【0035】

【実施例】以下、実施例を用いてさらに詳細に本発明を説明する。

【0036】実施例1

アセトン、イソプロピルアルコール、及び純水で洗浄し、オゾン発生装置中で表面をクリーニングした38mm(1.5インチ)角の無アルカリガラス(コーニング(Corning)社製、7059)を基板として用いた。

【0037】ポリエチレンオキシド10セチルエーテル(アルドリッチ(Aldrich)社製)6.0gを62mlの水に溶解し、これにオルトケイ酸テトラメチル8.2ml(キシダ化学(株)製)を添加し、80℃に加熱し均一溶液になるよう攪拌した。これに濃塩酸(約

35%、キシダ化学(株)製) 0.5mlを加え、80℃、500mmHgで30分かく拌し、前駆体溶液とした。

【0038】温度25℃、湿度60%の恒温湿槽内に設置されているスピンコート装置を用いてメソ構造体薄膜を作成した。使用した基板ホルダーは、図3に示したのと同じ、4枚の基板を真空チャッキングによって保持できる構成のものであり、半径17cmの円形基板ホルダーに、基板の端部と回転中心の間が160mm離れた位置に密着させた上記ガラス基板に、前記コート液を滴下し、2000rpmで30秒間回転させた。その後室温下空气中で12時間乾燥し、透明のシリカメソ構造体薄膜を作成した。

【0039】このシリカメソ構造体薄膜が形成された基板をX線回折分析で分析した。その結果、面間隔4.37nmの、ヘキサゴナル構造の(100)面に帰属される強い回折ピークが確認され、この薄膜がヘキサゴナルな細孔構造を有することが確かめられた。広角の領域には回折ピークが認められないことから、壁を構成するシリカは非晶質であることがわかった。

【0040】このシリカメソ構造体薄膜中のメソチャンネルの一軸配向性を定量的に評価するために、面内X線回折分析による評価を行った。この方法は、“Chemistry of Materials”誌、第11巻、1609頁に記載されているような、基板に垂直な(110)面に起因するX線回折強度の面内回転依存性を測定するもので、メソチャンネルの配向方向とその分布を調べることができる。本実施例で作製したシリカメソ構造体薄膜について測定された(110)面回折強度の面内回転角度依存性を図5に示す。この測定においては、基板上に働く遠心力の方向を0°とした。この図5に示したように、0°を中心としたガウシアン型のプロファイルが得られた。これより、本実施例で作製されたシリカメソ構造体薄膜中では、メソチャンネルはスピンコート時の遠心力の働く方向に対して平行な方向に配向しており、その配向方向の分布は半値幅が約46°であることが示された。

【0041】このシリカメソ構造体の薄膜を作成した基板をマッフル炉に入れ、1℃/分の昇温速度で500℃まで昇温し、空气中で10時間焼成した。焼成後の基板表面の形状には、焼成前と比較して大きな差異は認められなかった。さらに、焼成後の薄膜のX線回折分析の結果、面間隔3.44nmの、ヘキサゴナル構造の(100)面に帰属される強い回折ピークが観測され、ヘキサゴナルな細孔構造が保持されていることが確かめられた。焼成後にも、広角領域には回折ピークは確認されおらず、壁のシリカは非晶質のままであることが確認された。また、赤外吸収スペクトル等の分析により、この焼成後の試料には既に界面活性剤に起因する有機物成分は残存していないことが確かめられた。

【0042】焼成後の試料に関しても、細孔の配向性を調べるために面内X線回折分析を行った。この場合も(110)面回折強度の面内回転角度依存性を測定した。その結果、焼成前のメソ構造体薄膜で測定されたのとはほぼ同じプロファイルが得られ、細孔の配向が完全に保持されていることが確かめられた。

【0043】焼成前後の薄膜を、遠心力の方向に対して垂直にカットし、断面の透過電子顕微鏡観察を行ったところ、どちらの薄膜に関しても、断面にヘキサゴナル構造の細孔が確認され、チューブ状のチャンネルが遠心力の方向に配向していることが確認された。

【0044】比較例1

比較例として、基板の重心をスピンコート装置の回転軸上にあわせて密着させる、通常のスピンコート法を用いた以外は全て実施例1と同じ方法により、シリカメソ構造体薄膜を作成した。

【0045】このシリカメソ構造体薄膜が形成された基板を、X線回折分析で測定した結果、面間隔4.43nmの、ヘキサゴナル構造の(100)面に帰属される強い回折ピークが確認され、この薄膜がヘキサゴナルな細孔構造を有することが確かめられた。広角の領域には回折ピークが認められないことから、壁を構成するシリカは非晶質であることがわかった。

【0046】この薄膜試料に関して、チューブ状細孔の配向方向を調べるために、面内X線回折分析を行った。実施例1と同様に、膜面に垂直な(110)面回折強度の面内回転角度依存性を測定した。この場合、0°の位置は任意の方向に設定することができる。この場合には、観測されたプロファイルは、実質的に、回転角度に対してフラットであり、面内方向の構造異方性が殆ど無いことを示している。

【0047】本比較例により、基板の中心を回転軸に合わせてスピンコートを行った場合には、チューブ状細孔の配向性を有するメソ構造体の形成が達成できないことが示された。

【0048】実施例2

本実施例は、本発明のスピンコート法によりチューブ状細孔が一方向に配向した酸化スズメソ構造体薄膜を作成した例である。ポリエチレンオキシド10ステアリエーテル(Aldrich社製)2gを、エタノール(キシダ化学(株)製)20gに溶解させ、完全に溶解した後に塩化スズ(SnCl₄)5.2gを添加した。この混合溶液を30分間攪拌した後に、純水を1g添加して前駆体溶液として用いた。

【0049】実施例1で用いたのと同じ、温度25℃、湿度60%の恒温湿槽内に設置されているスピンコーティング装置と、同じ基板ホルダーを用いて、実施例1と同じガラス基板上に、2000rpmで30秒間回転させ、膜を作製した。これを室温で72時間放置乾燥し、酸化スズメソ構造体薄膜を作成した。

【0050】この薄膜をX線回折分析で分析したところ、面間隔4.75nmの、ヘキサゴナル構造の(100)面に帰属される強い回折ピークが確認され、この薄膜がヘキサゴナルな細孔構造を有することが確かめられた。

【0051】この薄膜を面内X線回折分析で測定したところ、膜面に垂直な(110)面に帰属される回折ピークが観測された。このピークの回折強度の面内角度依存性を測定した。この場合にも、基板上における遠心力の方向を 0° とした。その結果、本実施例で作成した酸化スズメソ構造体薄膜の場合にも、実施例1で観測されたように、 0° を中心としたガウシアン型のプロファイルが観測され、チューブ状の細孔が、遠心力の方向に配向していることが明らかになった。また、その半値幅から、メソチャンネルの配向分布は半値幅が約 5.2° であることが確認された。

【0052】本実施例により、本発明の方法によって、一軸配向性のチューブ状の細孔をする酸化スズメソ構造体の薄膜が形成できることが示された。

【0053】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、スピコート時に、基板をスピコーティング装置の回転軸の外側に保持し、基板上の前駆体溶液に一方の遠心力を印加することにより、任意の基板上に、配向性のチューブ状細孔を有するメソ構造体薄膜及びメソポーラ

ス薄膜を形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のメソ構造体薄膜の一例を示す模式図である。

【図2】本発明における基板の保持の一例を示す概略図である。

【図3】本発明に用いられる基板ホルダーの一例を示す概略図である。

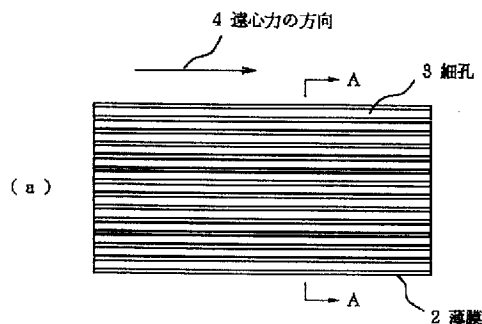
【図4】図3の基板ホルダーのBB線断面図である。

【図5】本発明の実施例1で作製したシリカメソ構造体について観測された面内X線回折分析における(110)面の試料面内回転角度依存性を示すプロファイルを示す図である。

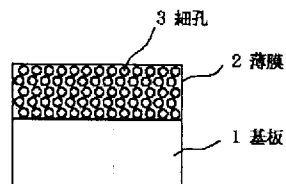
【符号の説明】

- 1 基板
- 2 薄膜
- 3 細孔
- 4 遠心力の方向
- 11 基板ホルダー
- 12 基板
- 13 回転中心
- 20 12 基板
- 21 中空の回転軸
- 22 溝
- 23 溝の中心に形成された孔
- 24 空洞

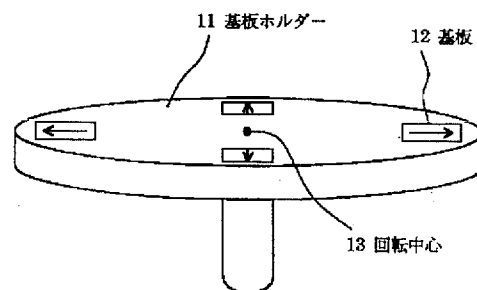
【図1】



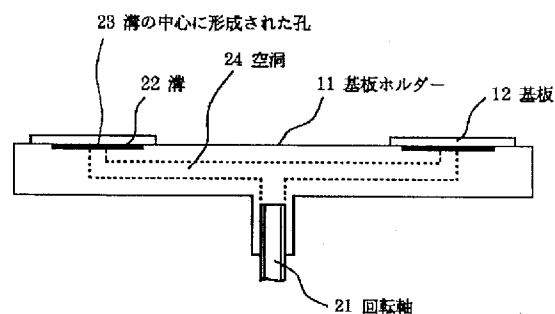
(a)



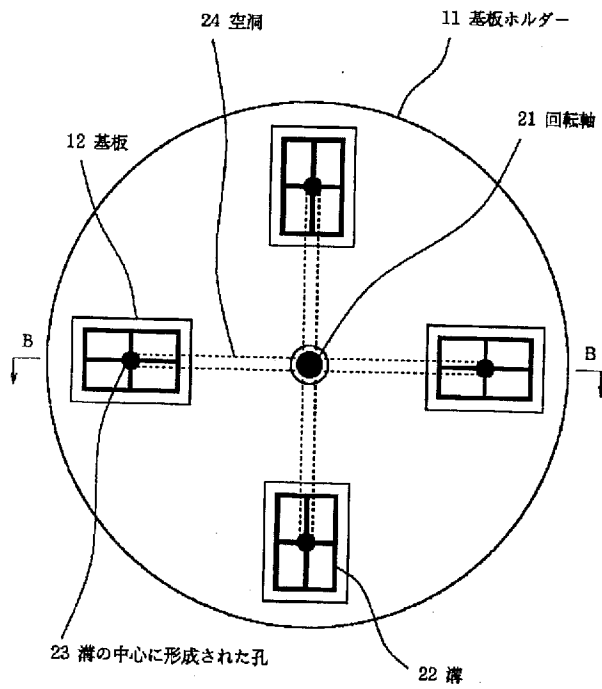
【図2】



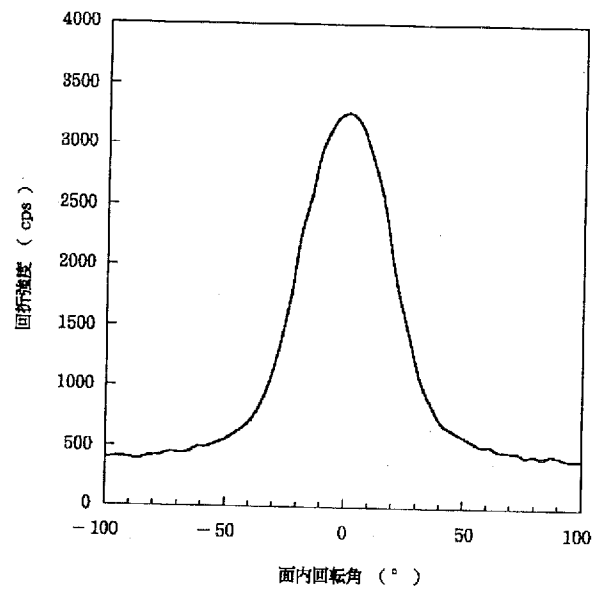
【図4】



【図3】



【図5】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G072 AA25 BB09 BB13 BB15 GG01
HH30 KK17 NN21 RR12 UU11
UU15